

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Stefan UHRLANDT, et al.

GAU:

SERIAL NO: New Application

EXAMINER:

FILED: Herewith

FOR: INHOMOGENEOUS SILICAS AS CARRIER MATERIAL

REQUEST FOR PRIORITY

10/098594
03/16/02

ASSISTANT COMMISSIONER FOR PATENTS
WASHINGTON, D.C. 20231

SIR:

- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number , filed , is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.
- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Provisional Application Serial Number , filed , is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e).
- ☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

COUNTRY
GERMANY

APPLICATION NUMBER
101 12 651.4


MONTH/DAY/YEAR
March 16, 2001

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

- ☒ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee
- ☐ were filed in prior application Serial No. filed
- ☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number
Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.
- ☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. filed ; and
- ☐ (B) Application Serial No.(s)
- ☐ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.


Norman F. Oblon

Registration No. 24,618

Frederick D. Vastine, Ph.D.
Registration No. 27,013



22850

Tel. (703) 413-3000
Fax. (703) 413-2220
(OSMMN 10/98)



4

1c971 U.S. PTO
10/098594
03/18/02

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen: 101 12 651.4
Anmeldetag: 16. März 2001
Anmelder/Inhaber: Degussa AG,
Düsseldorf/DE
Bezeichnung: Inhomogene Kieselsäuren als Trägermaterial
IPC: C 01 B, A 61 K, B 01 J

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 02. August 2001
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Jerofsky

Inhomogene Kieselsäuren als Trägermaterial

Die Erfindung betrifft Kieselsäuren mit inhomogener Struktur bzw. Aufbau, Verfahren zu deren Herstellung und deren Verwendung als Trägermaterial.

5

Leicht dispergierbare Kieselsäuren werden z. B. gemäß EP 0 901 986 oder EP 0 647 591 durch Fällung von Wasserglas mit Schwefelsäure und anschließender Trocknung hergestellt. Die getrockneten Produkte werden anschliessend vermahlen und/oder granuliert.

- 10 Durch eine mechanische Granulation kann jede Kieselsäure staubfrei hergestellt werden, jedoch verschlechtert sich in der Regel durch diesen zusätzlichen Verfahrensschritt die Dispergierbarkeit.

- 15 In einem anderen Verfahren werden Kieselsäuren ebenfalls durch saure Fällung hergestellt, jedoch mittels Verdüsung in Heißluft getrocknet und gleichzeitig zu leicht zerstörbaren Kugeln geformt. So beschreibt EP 018 866 die Herstellung von sprühgetrockneter Kieselsäure mit einem mittleren Partikeldurchmesser von über 80 μm , wobei die Partikel eine homogene Struktur besitzen und massiv sind.

- 20 Sprühgetrocknete Kieselsäuren gemäß EP 0 018 866 eignen sich besonders als Trägermaterial, da sie staubfrei sind und ein hohes Saugvermögen besitzen. Die Staubfreiheit ist für die Verarbeitung der Kieselsäure ein wichtiges Kriterium, da eine einfache Verarbeitung der Kieselsäuren ohne entsprechende Absauganlagen eine hohe wirtschaftliche Bedeutung hat. Neben der Staubfreiheit sind die spezifischen Oberflächen (BET, CTAB) und die
25 Ölaufnahmekapazität (DBP) für die Verwendung als Trägermaterial wichtig.

Im Gegensatz zur mechanischen Granulation können nicht alle Kieselsäuren durch Sprühtrocknung staubfrei hergestellt werden.

- 30 Nun erfüllt ein Kieselsäuretyp in der Regel nicht alle geforderten Kriterien. Eine Mischung aus mehreren Kieselsäuretypen ist häufig nur mit einem zu großen Staubanteil herzustellen.

Es wäre wünschenswert, eine Kieselsäure herzustellen, die gleichzeitig breite Bereiche von physikalisch-chemischen Daten wie BET-, oder CTAB-Oberfläche abdeckt, eine gute Saugfähigkeit und einen geringen Staubanteil aufweist. Wie bereits ausgeführt, kann dies nicht für alle Kieselsäuren durch Sprühtrocknung oder Granulation erreicht werden.

5

Überraschenderweise wurde gefunden, dass Kieselsäure, die eine inhomogene Zusammensetzung aufweist, leicht auf die geforderten Anforderungen eingestellt werden kann und dennoch eine gute Saugfähigkeit und einen niedrigen Feinanteil aufweist.

- 10 Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind daher Kieselsäuren, enthaltend mindestens zwei Kieselsäurefraktionen, die sich in mindestens einem Meßwert für BET-Oberfläche, CTAB-Oberfläche und DBP-Aufnahme um mindestens 10 % unterscheiden.

Die erfindungsgemäßen Kieselsäuren sind daher besonders als Trägermaterial für Wirkstoffe wie
15 z. B. Vitamine und Cholinchlorid geeignet.

Der Aufbau der Kieselsäuren aus mindestens zwei Kieselsäurefraktionen bewirkt eine Inhomogenität der Kieselsäure, die sich gleichzeitig in einer guten Saugfähigkeit und einem geringen Feinanteil niederschlägt und die geforderten physikalisch-chemischen Daten aufweist.

20

Erfindungsgemäße Kieselsäuren besitzen einen Feinanteil von höchstens 10 % mit Teilchendurchmesser kleiner oder gleich $63\text{ }\mu\text{m}$ (Alpine Siebrückstand).

Ein ähnliches Konzept wird in EP 0 942 029 verfolgt. Hier werden Kompositionen beschrieben,
25 die eine Fällungskieselsäure in zwei verschiedenen Aggregatgrößen enthält. Die verschiedenen Aggregatgrößen werden für die leichte Dispergierbarkeit der Kieselsäure in einer Gummimischung eingesetzt. Die unterschiedlichen Kieselsäurefraktionen der vorliegenden Erfindung sind nicht in dieser Publikation beschrieben; außerdem ist eine unterschiedliche Aggregatgröße der Kieselsäurefraktionen im vorliegenden Fall von nebensächlicher Bedeutung,
30 wichtig sind die Unterschiede der physikalisch-chemischen Daten. Die Verwendung von Kieselsäuren als Trägermaterial ist in EP 0 942 029 nicht beschrieben.

„Kieselsäurefraktion“ im Sinne der vorliegenden Erfindung bezeichnet verschiedene Sorten von Kieselsäuren, die aufgrund verschiedener Herstellungsverfahren oder -Varianten einen Unterschied von 10 % in mindestens einer der o. g. physikalisch-chemischen Daten aufweisen. Bevorzugt weisen zwei, besonders bevorzugt drei dieser Parameter einen solchen Unterschied
5 auf.

Die Unterschiede in den bereits genannten Parametern können durch unterschiedliche Herstellungsverfahren der Kieselsäurefraktionen erhalten werden. So können alle, ein oder mehrere der Kieselsäurefraktionen Fällungskieselsäuren und/oder pyrogene Kieselsäuren sein. Bei
10 Fällungskieselsäuren ist es vor allem möglich, durch verschiedene Fällungsverfahren verschiedene Kieselsäurefraktionen zu erhalten. Erfindungsgemäße Kieselsäuren können auch aus Fraktionen von gefällten und pyrogenen Kieselsäuren hergestellt werden.

Für Fällungskieselsäuren als Trägermaterial sind verschiedene Fällmethoden bekannt und
15 können z. B. in EP 0 937 755 oder EP 0 643 015 nachgelesen werden. In den Beispielen sind exemplarisch zwei Fällungskieselsäuren aus verschiedenen Herstellungsverfahren zur erfindungsgemäßen inhomogenen Kieselsäure verarbeitet worden. Es ist auch möglich, hydrophobierte Kieselsäurefraktionen mit nicht behandelten Kieselsäurefraktionen zur erfindungsgemäßen Kieselsäure zu kombinieren.

20 Die Kieselsäurefraktionen können Fällungskieselsäuren oder pyrogene Kieselsäuren sein, wobei eine Mischung der Fraktionen an verschiedenen Prozeßschritten, die üblicherweise bei der Herstellung von Kieselsäuren durchgeführt werden, erfolgen kann.

25 Bei Verwendung von Fraktionen aus Fällungskieselsäuren kann die Mischung nach der Fällung von Silikat mit einer Säure (in der Regel Wasserglas, d. h. Natriumsilikat mit Schwefelsäure) durch Vermischen der Fällungssuspensionen oder der nach Filtration der Suspensionen erhaltenen Filterkuchen sowie verflüssigten (resuspendierten) Filterkuchen erfolgen. Es ist auch möglich, bereits hergestellte, getrocknete oder hydrophobierte Kieselsäurefraktionen als Feststoff
30 den Suspensionen oder den Filterkuchen zuzusetzen.

Die so erhaltenen Mischungen müssen ggf. abfiltriert und in üblicher Weise getrocknet werden. Trocknungsverfahren sind z. B. Sprühtrocknung, Düsenturm, Etagentrockner, Drehrohtrockner oder Spin-Flash-Trockner.

- 5 Nach dem Trocknen ist eine abschließende Vermahlung und/oder Granulation möglich.

Es ist auch möglich, die Kieselsäurefraktionen im trockenen Zustand zu vermischen. Hierzu kann sich eine Resuspendierung mit den o. g. Trocknungsschritten anschließen und/oder eine Vermahlung/Granulation.

10

Erfindungsgemäße Kieselsäuren können die folgenden physikalisch-chemischen Daten aufweisen:

| | |
|-----------------|---|
| BET-Oberfläche | 100 – 900 m ² /g, insbesondere 150 – 600 m ² /g |
| CTAB-Oberfläche | 100 – 500 m ² /g, insbesondere 150 – 400 m ² /g |
| 15 DBP-Aufnahme | 150 – 350 g/100 g. |

Diese physikalisch-chemischen Daten betreffen die Kieselsäure gemäß der Erfindung als solche, und nicht die Kieselsäurefraktionen.

- 20 Die physikalisch-chemischen Daten der Kieselsäurefraktionen müssen sich in beschriebener Weise um mindestens 10, bevorzugt um mindestens 15, besonders bevorzugt um mindestens 20 % unterscheiden.

Die physikalisch-chemischen Daten werden mit folgenden Methoden bestimmt:

25

| | |
|-----------------|---|
| BET-Oberfläche | Areometer, Fa. Ströhlein, gemäß ISO 5794/Annex D |
| CTAB-Oberfläche | bei pH 9, gemäß Jay, Janzen und Kraus in „Rubber Chemistry and Technology“ 44 (1971) 1287 |
| DBP-Zahl | ASTM D 2414-88 |

30

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Kieselsäuren, enthaltend mindestens zwei Kieselsäurefraktionen, wobei mindestens zwei Kieselsäurefraktionen, die sich in mindestens einem Meßwert für BET-Oberfläche, CTAB-Oberfläche und DBP-Aufnahme um mindestens 10 % unterscheiden, miteinander vermischt werden.

Der Anteil der jeweiligen Fraktionen in der Suspension bzw. an der Kieselsäure sollte jeweils zwischen 5 und 95 Gew.-%, bezogen auf die trockene Kieselsäure, betragen.

10 Die Kieselsäure wird bevorzugt in Partikelform mit einem mittleren Durchmesser von über 80, insbesondere über 100, besonders bevorzugt über 200 μm , z. B. durch die Sprühtrocknung erhalten. Die Sprühtrocknung der Suspension kann z. B. gemäß US 4 097 771 durchgeführt werden.

15 Die erfindungsgemäßen Kieselsäuren können daher als Trägermaterial insbesondere zur Adsorption von flüssigen Wirkstoffen verwendet werden.

Die erfindungsgemäßen Kieselsäuren sind insbesondere als Träger für Vitamine (A, B, C, E) ggf. als Acetat, Proteine, Enzyme oder Cholinchlorid verwendbar.

20

Außerdem kann die Kieselsäure als Träger für katalytisch aktive Substanzen verwendet werden.

Weiterhin können die erfindungsgemäßen Kieselsäuren in allen Anwendungsgebieten verwendet werden, in denen üblicherweise Kieselsäuren eingesetzt werden, wie z. B. in Batterieseparatoren, Anti-Blocking-Mittel, Mattierungsmittel in Lacken, Papierstrichen oder Entschäumer.

Die erfindungsgemäße Kieselsäure oder die Kieselsäurefraktionen können mit Silanen, Silikonöl und/oder mit Organosilanen in bekannter Weise modifiziert, d. h. hydrophobiert werden.

30 Durchführung der Bestimmung des Alpine-Siebrückstandes:

- Zur Bestimmung des Siebrückstandes wird die Kieselsäure- oder Silikat-Probe durch ein 500 µm Sieb abgesiebt, um eventuell vorhandene Entlüftungsgglomerate zu zerstören. Dann werden 10 g der gesiebten Probe auf das Luftstrahlsieb gegeben, das mit einem 63 µm Siebgewebe bestückt ist und bei 200 mm Wassersäule-Unterdruck abgesiebt. Kieselsäure- oder Silikatpartikel, die sich am Siebdeckel des Gerätes absetzen, werden durch vorsichtiges Schlagen auf den Knopf des Siebdeckels abgeklopft. Der Siebvorgang dauert im allgemeinen 5 Minuten. Er ist beendet, wenn der Rückstand konstant bleibt, was meistens am rieselfähigen Aussehen zu erkennen ist. Zur Sicherheit siebt man dann noch eine weitere Minute.
- 10 Bei Agglomeraten, die sich eventuell bilden, wird der Siebvorgang kurz unterbrochen und die Agglomerate mit einem Pinsel unter leichtem Druck zerstört. Nach der Siebung wird der Siebrückstand vorsichtig vom Luftstrahlsieb geklopft und zurückgewogen. Der Siebrückstand wird in Prozenten angegeben, immer in Verbindung mit der Maschenweite des Siebes.

15 Berechnung:

$$\% \text{ Siebrückstand} = \frac{A \cdot 100}{E}$$

- 20 A = Auswaage in g
E = Einwaage in g

Geräte

Alpine Luftstrahlsieb, Labortyp S 200

- 25 Staubsauger oder Gebläse
Luftstrahlsieb mit Siebgewebe 63 µm nach DIN 4188
Präzisionswaage

- Die folgenden Beispiele sollen die Erfindung näher erläutern, ohne ihren Umfang zu beschränken.
- 30

Es wurden zwei Kieselsäurefraktionen A gemäß US 1 043 282 bzw. DE 24 47 013 und B gemäß DE 31 44 299 hergestellt und die aus den Fällungen erhaltenen Suspensionen in der im folgenden beschriebenen Weise weiter umgesetzt.

5 Beispiel 1

Die Fällsuspensionen der Kieselsäurefraktionen A und B wurden im Verhältnis 50:50 gemischt. Dazu wurde 80 kg der Fällungskieselsäure A (Feststoffgehalt ca. 46 g/l) mit 80 kg der Fällungskieselsäure B (Feststoffgehalt ca. 64 g/l) in einem gerührten Behälter gemischt. Die erhaltene Mischung wurde filtriert, der Filterkuchen mit etwas Säure verflüssigt und auf einem Düsenturmtrockner versprüht. Die Analysendaten sind in Tabelle 1 zusammengefaßt.

Beispiel 2

Die Fällsuspensionen der Fällungskieselsäuren A und B wurden im Verhältnis 70:30 gemischt. Dazu wurde 112 kg der Fällungskieselsäure A (Feststoffgehalt ca. 46 g/l) mit 48 kg der Fällungskieselsäure B (Feststoffgehalt ca. 64 g/l) in einem gerührten Behälter gemischt. Die erhaltene Mischung wurde filtriert, der Filterkuchen mit etwas Säure verflüssigt und auf einem Düsenturmtrockner versprüht. Die Analysendaten sind in Tabelle 1 zusammengefaßt.

Beispiel 3

Die Fällsuspensionen der Fällungskieselsäuren A und B wurden im Verhältnis 30:70 gemischt. Dazu wurde 43,8 kg der Fällungskieselsäure A (Feststoffgehalt ca. 46 g/l) mit 102,2 kg der Fällungskieselsäure B (Feststoffgehalt ca. 64 g/l) in einem gerührten Behälter gemischt. Die erhaltene Mischung wurde filtriert, der Filterkuchen mit etwas Säure verflüssigt und auf einem Düsenturmtrockner versprüht. Die Analysendaten sind in Tabelle 1 zusammengefaßt.

25

Beispiel 4

Es wurde eine Mischung der getrockneten Kieselsäurefraktionen (50:50) hergestellt.

Tabelle 1:

Vergleich der Analysendaten aus den Beispielen 1-3 und der Kieselsäurefraktionen A und B:

| | | Kieselsäure- fraktion A | Kieselsäure- fraktion B | Unterschiede der Fraktionen A : B in % | Beispiel 1 | Beispiel 2 | Beispiel 3 | Beispiel 4 |
|---|------------------------|-------------------------------|-------------------------------|--|---------------|---------------|---------------|---------------|
| Glühverlust DIN | % | 5,0 | 5,0 | | 3,7 | 2,7 | 3,4 | 10,1 |
| Wassergehalt | % | 5,0 | 4,5 | 10 | 5,3 | 5,3 | 5,5 | 5,6 |
| pH-Wert / A. Z. | | 6,5 | 6,0 | 7,6 | 6,2 | 6,4 | 6,4 | 6,6 |
| Leitfähigkeit | μS | 800 | 700 | 12,5 | 600 | 740 | 610 | 750 |
| BET-Oberfläche | m^2/g | 195 | 195 | 00 | 354 | 403 | 284 | 302 |
| CTAB- Oberfläche | m^2/g | 175 | 350 | 50 | 271 | 302 | 232 | 256 |
| DBP-Aufnahme | $\text{g}/100\text{g}$ | 263 | 335 | 21,5 | 281 | 287 | 265 | 296 |
| Stampfdichte | g/l | 280 | 180 | 36,7 | 200 | 185 | 217 | 222 |
| Alpine Siebrückstand 63 μm | % | 80 | > = 20 | | 99 | 91 | 99 | 52 |
| Alpine Siebrückstand 180 μm | % | > = 4 | 1 | | 82 | 18 | 87 | 4,5 |
| Alpine Siebrückstand 250 μm | % | n. b. | n. b. | | 75 | 1,1 | 48 | |

6.

Patentansprüche:

1. Kieselsäure, enthaltend mindestens zwei Kieselsäurefraktionen,

dadurch gekennzeichnet,

5 dass die mindestens zwei Kieselsäurefraktionen sich in mindestens einem Meßwert für BET-Oberfläche, CTAB-Oberfläche und DBP-Aufnahme um mindestens 10 % unterscheiden.

2. Kieselsäure nach Anspruch 1 ,

10 dadurch gekennzeichnet,

dass sie in Form von Partikeln mit einem mittleren Teilchendurchmesser von über 80 µm vorliegt.

3. Kieselsäure nach einem der Ansprüche 1 oder 2,

15 dadurch gekennzeichnet,

dass die Kieselsäure die folgenden physikalisch-chemischen Daten aufweist:

BET-Oberfläche 100 – 900 m²/g

CTAB-Oberfläche 100 – 500 m²/g

DBP-Aufnahme 150 – 350 g/100 g.

20

4. Kieselsäure nach einem der Ansprüche 1 bis 3,

dadurch gekennzeichnet,

dass der jeweilige Anteil einer Kieselsäurefraktion in der Kieselsäure zwischen 5 und 95 Gew.-% liegt.

25

5. Kieselsäure nach einem der Ansprüche 1 bis 4,

dadurch gekennzeichnet,

dass die Kieselsäure hydrophobiert wird.

30 6. Kieselsäure nach einem der Ansprüche 1 bis 5,

dadurch gekennzeichnet,

dass mindestens eine Kieselsäurefraktion hydrophobiert wird.

7. Kieselsäure nach einem der Ansprüche 1 bis 6,

dadurch gekennzeichnet,

5 dass eine oder mehrere Kieselsäurefraktionen aus einer Fällungskieselsäure bestehen.

8. Kieselsäure nach einem der Ansprüche 1 bis 7,

dadurch gekennzeichnet,

10 dass die Kieselsäurefraktionen durch Fällung von Silikat mit einer Säure hergestellt und die so erhaltenen Fällungssuspensionen gemischt werden.

9. Kieselsäure nach einem der Ansprüche 1 bis 7,

dadurch gekennzeichnet,

15 dass die Kieselsäurefraktionen durch Fällung von Silikat mit einer Säure hergestellt, die Fällungssuspension abfiltriert und die so erhaltenen Filterkuchen gemischt werden.

10. Kieselsäure nach einem der Ansprüche 1 bis 7,

dadurch gekennzeichnet,

20 dass die Kieselsäurefraktionen durch Fällung von Silikat mit einer Säure hergestellt, die Filterkuchen oder bereits getrocknete Kieselsäure verflüssigt und die so erhaltenen Suspensionen gemischt werden.

11. Kieselsäure nach einem der Ansprüche 1 bis 6,

dadurch gekennzeichnet,

25 dass eine oder mehrere Kieselsäurefraktionen aus einer pyrogenen Kieselsäure bestehen.

12. Kieselsäure nach einem der Ansprüche 1 bis 7 und 11,

dadurch gekennzeichnet,

30 dass die Kieselsäurefraktionen im trockenen Zustand gemischt werden.

13. Verfahren zur Herstellung von Kieselsäuren, enthaltend mindestens zwei

Kieselsäurefraktionen,
dadurch gekennzeichnet,
dass mindestens zwei Kieselsäurefraktionen, die sich in mindestens einem Meßwert für
BET-Oberfläche, CTAB-Oberfläche und DBP-Aufnahme um mindestens 10 %
5 unterscheiden, miteinander vermischt werden.

14. Verfahren nach Anspruch 13 ,
dadurch gekennzeichnet,
dass die Kieselsäure in Form von Partikeln mit einem mittleren Teilchendurchmesser von
10 über 80 µm vorliegt.

15. Verfahren nach einem der Ansprüche 13 oder 14,
dadurch gekennzeichnet,
dass die Kieselsäure die folgenden physikalisch-chemischen Daten aufweist:

| | | |
|----|-----------------|-----------------------------|
| 15 | BET-Oberfläche | 100 – 900 m ² /g |
| | CTAB-Oberfläche | 100 – 500 m ² /g |
| | DBP-Aufnahme | 150 – 350 g/100 g. |

16. Verfahren nach einem der Ansprüche 13 bis 15,
20 dadurch gekennzeichnet,
dass der jeweilige Anteil einer Kieselsäurefraktion in der Kieselsäure zwischen 5 und 95
Gew.-% liegt.

17. Verfahren nach einem der Ansprüche 13 bis 16,
25 dadurch gekennzeichnet,
dass die Kieselsäure hydrophobiert wird.

18. Verfahren nach einem der Ansprüche 13 bis 16,
dadurch gekennzeichnet,
30 dass mindestens eine Kieselsäurefraktion hydrophobiert wird.

19. Verfahren nach einem der Ansprüche 13 bis 18,
dadurch gekennzeichnet,
dass eine oder mehrere Kieselsäurefraktionen aus einer Fällungskieselsäure bestehen.

5 20. Verfahren nach einem der Ansprüche 13 bis 19,
dadurch gekennzeichnet,
dass die Kieselsäurefraktionen durch Fällung von Silikat mit einer Säure hergestellt und die
so erhaltenen Fällungssuspensionen gemischt werden.

10 21. Verfahren nach einem der Ansprüche 13 bis 19,
dadurch gekennzeichnet,
dass die Kieselsäurefraktionen durch Fällung von Silikat mit einer Säure hergestellt, die
Fällungssuspension abfiltriert und die so erhaltenen Filterkuchen gemischt werden.

15 22. Verfahren nach einem der Ansprüche 13 bis 19,
dadurch gekennzeichnet,
dass die Kieselsäurefraktionen durch Fällung von Silikat mit einer Säure hergestellt, die
Filterkuchen oder bereits getrocknete Kieselsäure verflüssigt und die so erhaltenen
Suspensionen gemischt werden.

20 23. Verfahren nach einem der Ansprüche 13 bis 18,
dadurch gekennzeichnet,
dass eine oder mehrere Kieselsäurefraktionen aus einer pyrogenen Kieselsäure bestehen.

25 24. Verfahren nach einem der Ansprüche 13 bis 19 und 23,
dadurch gekennzeichnet,
dass die Kieselsäurefraktionen im trockenen Zustand gemischt werden.

25. Verwendung der Kieselsäure gemäß einem der Ansprüche 1 bis 12 als Trägermaterial.

30

26. Verwendung der Kieselsäure nach einem der Ansprüche 1 bis 12 als Trägermaterial für

Vitamine, Vitamin-Acetate, Cholinchlorid, Proteine oder Enzyme.

27. Verwendung der Kieselsäure nach Anspruch 26 als Trägermaterial für katalytisch aktive Substanzen.

Zusammenfassung:

Die Erfindung betrifft Kieselsäuren mit inhomogener Struktur bzw. Aufbau, Verfahren zu deren Herstellung und deren Verwendung als Trägermaterial für Vitamine oder Cholinchlorid. 6.